

## THIN STEEL SHEET SUPERIOR IN COLD DELAYED AGING PROPERTY AND BAKE HARDENING PROPERTY

**Publication number:** JP2003253378

**Publication date:** 2003-09-10

**Inventor:** TAKAHASHI ATSUSHI; SUGIYAMA MASAAKI;  
TANIGUCHI YUICHI; MIZUTANI MASAAKI

**Applicant:** NIPPON STEEL CORP

**Classification:**

- **international:** C22C38/00; C22C38/14; C22C38/28; C22C38/00;  
C22C38/14; C22C38/28; (IPC1-7): C22C38/00;  
C22C38/14; C22C38/28

- **European:**

**Application number:** JP20020050900 20020227

**Priority number(s):** JP20020050900 20020227

[Report a data error here](#)

### Abstract of JP2003253378

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a thin cold-rolled steel sheet superior in cold delayed aging properties and bake hardening properties.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-253378

(P2003-253378A)

(43)公開日 平成15年9月10日 (2003.9.10)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 22 C 38/00  
38/14  
38/28

識別記号

3 0 1

F I

C 22 C 38/00  
38/14  
38/28

データベース(参考)

3 0 1 A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21)出願番号

特願2002-50900(P2002-50900)

(22)出願日

平成14年2月27日 (2002.2.27)

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 高橋 淳

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式  
会社技術開発本部内

(72)発明者 杉山 昌章

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式  
会社技術開発本部内

(74)代理人 10009/995

弁理士 松本 悅一 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板

(57)【要約】

【課題】常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄冷延鋼板  
を提供する。

【解決手段】質量%で、C:0.001~0.2%、  
N:0.0001~0.2%、C+N:0.002~  
0.3%、Si:0.001~0.1%、Mn:0.0  
1~1%、P:0.001~0.1%、S:0.05%  
以下、Al:0.001~0.1%、Ti:0.001  
~0.1%、Nb:0.001~0.1%を含有し、残  
部が鉄および不可避的不純物からなり、かつ、鋼中に直  
径1~10nmの超微細析出物を1×10<sup>17</sup>個/cm<sup>3</sup>以  
上の密度で含むことを特徴とする常温遅時効性と焼付硬  
化性に優れた薄鋼板。さらに、該薄鋼板が質量%で、M  
o:0.005~0.25%、Cr:0.005~1.  
0%、W:0.005~1.0%の1種または2種以上  
を含有することが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 質量%で、  
C : 0.001~0.2%、  
N : 0.0001~0.2%、  
C+N : 0.002~0.3%、  
Si : 0.001~0.1%、  
Mn : 0.01~1%、  
P : 0.001~0.1%、  
S : 0.05%以下、  
Al : 0.001~0.1%、  
Ti : 0.001~0.1%、

Nb : 0.001~0.1%を含有し、残部が鉄および不可避的不純物からなり、かつ、鋼中に直径1~10nmの超微細析出物を  $1 \times 10^{17}$  個/cm<sup>3</sup> 以上の密度で含むことを特徴とする常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【請求項2】 質量%で、  
Mo : 0.005~0.25%、Cr : 0.005~1.0%、W : 0.005~1.0%の1種または2種以上を、さらに含有することを特徴とする請求項1に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【請求項3】 前記超微細析出物が炭化物、窒化物、炭窒化物のいずれか1種または2種以上からなることを特徴とする請求項1または2に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【請求項4】 前記炭化物、窒化物、炭窒化物がTiの炭化物、窒化物、炭窒化物であることを特徴とする請求項3に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板に関する。

【0002】

【従来の技術】 自動車の車体軽量化のため、使用する鋼板板厚の減少が要望され、自動車用鋼板の高強度化が検討されてきた。しかし、鋼板の高強度化は鋼板のプレス成形性を劣化させる傾向があり、プレス成形性に優れた高張力鋼板が要望されていた。このようなプレス成形性と高強度化を両立させた鋼板として、塗装焼付硬化型自動車用鋼板が開発されている。この鋼板はプレス成形後に、通常150°C~200°Cの高温保持を含む塗装焼付処理を施すことにより、降伏応力が上昇する鋼板である。鋼中に固溶Cまたは固溶Nを存在させることによって、塗装焼付け処理時の高温加熱でCまたはNがプレス成形時に導入された転位に固着して転位の移動を妨げ、降伏応力が上昇する。この上昇分が焼付硬化量(BH量)である。

【0003】 BH量は一般に固溶C量または固溶N量を増やすことによって増加する。このような硬化機構の問

題点は次の点にある。BH量を上げるために、固溶C量または固溶N量を増加すると成形前に既に一部の転位が固溶Cまたは固溶Nにより固着され(常温時効)、プレス成形時に降伏点伸びによるストレッチャーストレインと呼ばれる波状の表面欠陥を生じる。これは製品特性を著しく劣化させることになる。この常温時効の問題を解決し、耐時効性に優れた高い塗装焼付硬化性を有する薄鋼板を実現することは長年の課題であった。

【0004】 特開平5-331553号公報、特開平7-300623号公報はNbおよびAl添加量を制御し、焼付硬化性および耐時効性を実現する方法が開示されている。この方法では固溶N量、固溶C量を適量にして耐時効性を得ようとする方法であり、BH量を上げるために固溶C量を増やすと時効劣化が生じることになり、高い焼付硬化特性を有する鋼を製造することはできない。特開2000-17386号公報にはMoを適量添加することで、鋼中に室温で安定なMo-Cダイポールを形成し、常温時効性と焼付硬化性を同時に得る方法が開示されている。しかし、これらの特性発現に寄与するCおよびNの挙動についてはモデルが提案されているに留まっており、十分な材料設計指針がなく、更なる高いBH特性の実現や、焼付温度の低下などの課題に十分に対応できていないのが現状である。

【0005】 また、特開平11-229085号公報にはNb/C比を最適にすることで、耐時効性に優れた冷延鋼板を製造する方法が開示されている。NbCを微細分散することで結晶粒を微細化し、粒界C量を増やすことを述べているが、この方法では焼付硬化量を上げた場合(BH量>60MPa)、降伏点伸びが現われ常温時効性が保たれなくなる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような現状に鑑み、常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らはCまたはNを超微細析出物として鋼中に固定しておくことにより、常温遅時効性と焼付硬化性のいずれにおいても優れた薄鋼板とすることができるを見出し、この超微細析出物の満たすべき要件を特定することによって、本発明を完成させたもので、その要旨とするところは以下の通りである。

(1) 質量%で、C : 0.001~0.2%、N : 0.0001~0.2%、C+N : 0.002~0.3%、Si : 0.001~0.1%、Mn : 0.01~1%、P : 0.001~0.1%、S : 0.05%以下、Al : 0.001~0.1%、Ti : 0.001~0.1%、Nb : 0.001~0.1%を含有し、残部が鉄および不可避的不純物からなり、かつ、鋼中に直径1~10nmの超微細析出物を  $1 \times 10^{17}$  個/cm<sup>3</sup> 以上の密度

で含むことを特徴とする常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【0008】(2) 質量%で、Mo: 0.005~0.25%、Cr: 0.005~1.0%、W: 0.005~1.0%の一種または2種以上を、さらに含有することを特徴とする前記(1)に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

(3) 前記超微細析出物が炭化物、窒化物、炭窒化物のいずれか1種または2種以上からなることを特徴とする前記(1)または(2)に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

(4) 前記炭化物、窒化物、炭窒化物がTiの炭化物、窒化物、炭窒化物であることを特徴とする前記(3)に記載の常温遅時効性と焼付硬化性に優れた薄鋼板。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明が対象とする析出物は直径1~10nmと非常に小さいため、通常の析出物と区別して超微細析出物と記載する。なお、超微細析出物は、炭化物、窒化物、炭窒化物またはこれらの集合体であると考えられ、炭化物、窒化物、炭窒化物として、結晶質であるか非晶質であるか、また、定比であるか不定比であるかは問わない。そのため、例えばTiの炭化物、窒化物、炭窒化物またはこれらの集合体としてTi(N, C)のように記載し、これはTiおよびCとNの組成比を示しているものではない。

【0010】本発明の特徴は、高密度に分散したこのような超微細析出物に格子間原子であるCまたはNを固定(トラップ)させることで、室温での常温時効を防いで、焼付硬化型鋼板における常温遅時効性を向上させる一方、150~200°Cの塗装焼付温度においてトラップから脱離し拡散によって転位位置に移動し転位を固着することで、高い焼付硬化性をも同時に実現させたことである。フェライト鉄中のCおよびNは室温での固溶度が小さく、エネルギー的に安定な位置に偏析濃化する傾向がある。この偏析サイトとして、粒界部、転位部などの結晶欠陥部が挙げられる。本発明者は、アトムプローブ電界イオン顕微鏡(Atom Probe Field Ion Microscope、以下AP-FIMと表記する)を使用し、この偏析サイトの詳細な研究を行った。その結果、超微細析出物にC、Nが偏析濃化することを突き止めた。超微細析出物のどの部分に偏析濃化するかは明らかではないが、一つにはマトリックス鉄との界面近傍と考えられる。

【0011】超微細析出物に偏析濃化するC量またはN量は、析出物サイズに依存する。この偏析CまたはNを転位固着に利用するためには、室温ではCまたはNが析出物にトラップされ、焼付硬化温度でトラップサイトからCまたはNを脱離させなければならない。そのためには析出物サイズは最適なトラップエネルギーを有する超微細析出物が有効となる。さらに焼付中にプレス成形によ

って導入された多量の転位にトラップサイトからCまたはNを拡散供給するためには、これらのトラップサイトが鋼中に高密度に存在し、かつ、分散していることが必要となる。従ってトラップサイトとなる鋼中の超微細析出物の数密度としては、少なくとも $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>が必要であり、 $5 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>以上の数密度が好ましく、さらに、 $1 \times 10^{18}$ 個/cm<sup>3</sup>以上の数密度がより好ましい。 $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>未満であると、焼付温度において偏析したCまたはNがプレス成形により導入された多量の転位にむらなく固着することができなくなるため、耐時効性または焼付硬化性は低下する。ここでは数密度の上限を定めていないが、一般に $1 \times 10^{20}$ 個/cm<sup>3</sup>を超える高密度の析出物の分散化は鋼強度を高めことになるため、成形性が問題となる場合がある。

【0012】このような超微細析出物のサイズとしては直径1~10nmが好ましい。ここで1nmより小さないと、CまたはNの有効なトラップサイトとはならない。一方で10nmより大きいと、CまたはNのトラップサイトとはなるが、 $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>以上の数密度を実現するためにはそれだけ多くの成分を鋼に添加しなければならず、固溶強化、分散強化によって鋼の成形性を著しく低下させる要因となってしまう。本発明では超微細析出物の種類を限定するものではないが、CまたはNのトラップサイトとして利用する超微細析出物としては炭化物、窒化物、炭窒化物またはこれらの混合物が好ましい。これはCとNは拡散係数が大きいためその炭化物、窒化物、炭窒化物は微細分散させやすく、CまたはNのトラップサイトとして有効に利用しやすいためである。

【0013】また、炭化物、窒化物、炭窒化物は、Tiの炭化物、窒化物、炭窒化物が最も好ましい。その理由は、Tiは適当なトラップエネルギーを有する1~10nmの超微細析出物を形成しやすくするためである。本発明における成分限定理由は以下の通りである。なお、%は質量%を表す。CおよびNは焼付硬化性を発現させる上で重要な元素であり、C+N量0.002%以上含有することが必須である。しかしC+N量が多すぎると固溶量が増し、常温時効性を確保することが困難になるため上限を0.3%とした。

【0014】C: 0.001%以上、N: 0.0001%以上としたのは、これ未満への低減は製鋼での多大なコストアップになるばかりでなく、高い焼付硬化性を得られないからである。さらに炭素物、窒化物からなる超微細析出物を高密度で作ることができなくなるためである。一方、C: 0.2%以下、N: 0.2%以下としたのは、これらの値を超えると強度が高くなり過ぎ加工性を損なうためである。Mn、Si、Pは薄鋼板として必要とされる強度を得るためにかかせない基本成分である。Mn: 0.01%、Si: 0.001%、P: 0.001%を下回ると強度が不足する。Mn: 1%、Si: 0.1%、P: 0.1%を超えると強度が高くなり

すぎ加工性を損なうため、これらを上限値とする。

【0015】Sは、0.05%を超えると熱間圧延時に赤熱脆化を起こし表面で割れる、いわゆる熱間脆化をおこすことがあるため、0.05%以下とする必要がある。A1は脱酸剤として必要な元素であり0.001%以上必要であり、0.1%以下としたのはそれを超えて添加すると強度が高くなり加工性を損なうためである。Tiは本発明の超微細析出物の形成に用いることのできる元素の一つであり、過剰なC、NやSを固定して時効性を確保するために0.001%以上必要である。上限を0.1%としたのは、それを超えて添加すると再結晶温度が上昇しまた加工性の劣化を招くためである。

【0016】NbもTi同様、本発明の超微細析出物の形成に用いることのできる元素の一つである。その下限を0.001%としたのはそれ未満では時効性を確保することが困難になるためであり、上限を0.1%としたのはそれを超えて添加すると再結晶温度が上昇しまた加工性の劣化を招くためである。Mo、Cr、Wは、そのメカニズムの詳細は明らかでないが、鋼中の析出物を微細分散させる効果がある。すなわち、これらの1種または2種以上を添加することによって本発明の超微細析出物を形成するための条件を緩和できる。各元素の添加量の下限を0.005%としたのはそれ未満ではこの効果が得られないからであり、上限をMoについては0.25%、CrとWについては1.0%としたのはそれを超えると強度が高くなつて加工性を損なうばかりでなく、高価なため合金コストが上がるためである。

【0017】鋼中に直径1~10nmの超微細析出物を $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>以上の数密度に分散させるためには、例えば焼鈍を特定の条件で行うことにより実現できる。一般に焼鈍の冷却速度を遅くすると析出する炭化物または窒化物のサイズが大きくなり数密度は小さくなる。反対に冷却速度を大きくすると析出する炭化物または窒化物のサイズが小さくなり数密度は大きくなる。しかしこの場合CまたはNの固溶量が増加するため、適当な過時効処理(OA)が有効となる。超微細析出物を高密度に分散させるためには、鋼中の成分とその濃度によって焼鈍条件を選び出す必要がある。

【0018】例えば、好ましい製造方法としては、鋳造圧延後、焼鈍条件を限定することによって可能である。焼鈍は800°C以上Ac<sub>3</sub>温度以下で保持した後、10~100°C/sの冷却速度で冷却する。800°C以上の温度に保持するのは、一旦C、Nを固溶させるためであり、この温度未満では、通常の析出物の形で残存してしまう。また、変態を避けるためAc<sub>3</sub>温度以下とする。保持時間は、十分な効果を得るために1分以上が好ましい。冷却速度は10°C/sを下回ると析出物の大きさが10nmを上回り易くなり、一方100°C/sを超えると固溶したままとなり、析出物を生じにくくなる。

【0019】以上、一般的な好ましい製造方法について説

明したが、上記の通りMoにはこの条件を緩和する効果があるなど、鋼成分によって、本発明の鋼板を製造する条件は異なるため、AP-FIMで解析した結果に基づいて、製造方法を確定することが望ましい。AP-FIMを用いた原子存在状態の解析は以下のように行う。この装置は透過電子顕微鏡(TEM)では観察不可能な原子存在形態を結晶格子レベルの分解能で調べることができる。針状研磨加工した試料に高電圧を印加し電界蒸発したイオンの飛行時間を測定することにより質量電荷比を求め、構成原子を決定する。これにより鋼中の析出物の組成、偏析原子などを正確に調べることができる。さらに測定データの取り込み順から鋼中の存在位置も同時に決定することができる。

【0020】図1に本発明によって製造した冷延鋼板における粒内マトリックス測定の結果の一例をラグーチャートによって示した。ラグーチャートでは、横軸は検出原子総数、縦軸は目的の原子の積算数を表わしている。従ってグラフの傾きは目的の原子の濃度に相当し、偏析濃化した部分では傾きが大きくなる(図中矢印)。横軸は検出イオン取り込み順に相当するため、試料の深さ位置(空間座標)を表わすことになる。C原子はTiNおよびTiと共に超微細析出物を形成していることがわかる。優れた耐時効性が発現した鋼板において、粒内に $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>以上の分散した超微細析出物が観察された。

【0021】超微細析出物の平均数密度は、任意方向のマトリックス測定を多数回行いその中に観察された超微細析出物数から求めた。AP-FIMでは一度の測定における測定領域が小さく、超微細析出物が観察されない場合はその数密度が小さいことを意味する。1回の測定で測定できる原子数は $1 \times 10^5$ 個とすると、超微細析出物密度が $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>未満の場合、AP-FIM数回の測定では自然確率的に超微細析出物を観察することは困難になる。従って、AP-FIMによる任意方向のマトリックス測定によって超微細析出物が観察されない場合は、平均密度は $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>未満と判断する。またTEMでは観察領域が大きいため、もっと低密度の析出物を調べることはできるが、10nm以下の超微細析出物は分解能の点から観察困難になる場合が多い。

【0022】析出部サイズは析出物を構成している原子数から見積もることができる。電界蒸発によって原子は原子層ごとに蒸発し、測定される1原子層はプローブホールサイズ、結晶面方位、針試料先端曲率半径等に依存するが、一般に50~200原子に相当する(軽金属(1992)P236-247)。析出物が何原子層に及んでいるかを調べることによって、析出物サイズを見積もることができる。例えば図1においては、約10原子層に及んでおり、2nm程度の析出物とみなせる。

【0023】時効性と焼付硬化性の評価は次のように行

う。常温時効性は40°Cの雰囲気に70日保持し引張試験を行い、この時の降伏点伸び(YP-E1)を測定することによって調べることができるが、ここでは代わりに100°C×1時間の人工加速試験によって耐時効性を評価した。このYP-E1値が0.4%以下を良好とした。また、焼付硬化性の測定は、薄鋼板を2%引張り170°Cにて20分保持した後の降伏応力(YP)を測定し、先に2%引張試験を行った時の強度の差すなわちB-H量として評価した。本発明の薄鋼板は熱延鋼板、冷延鋼板のどちらでもかまわない。さらに熱間圧延工程、冷

間圧延工程は特に限定されるものではない。次に実施例によって本発明の作用効果をさらに具体的に説明するが、それらは単に例示のためであって、それによって本発明は不当に制限されることはない。

#### 【0024】

【実施例】表1に記載した化学組成を有する供試材を溶製した。なお、化学成分の%は質量%を表す。

#### 【0025】

#### 【表1】

鋼種	化学成分(質量%)												
	C	Si	Mn	P	S	sol. Al	N	Ti	Nb	Mo	Cr	W	*ex.C
a	0.0037	0.037	0.5	0.032	0.007	0.043	0.002	0.007	0.003	0.134	—	—	0.0033
b	0.0041	0.037	0.5	0.032	0.007	0.043	0.0019	0.007	0.003	0.052	—	—	0.0036
c	0.0037	0.037	0.5	0.032	0.007	0.043	0.002	0.007	0.003	—	—	—	0.0033
d	0.0020	0.036	0.5	0.031	0.007	0.045	0.0018	0.007	0.002	0.055	—	—	0.0016
e	0.0020	0.036	0.5	0.031	0.007	0.045	0.0018	0.007	0.002	—	—	—	0.0016
f	0.0061	0.040	0.51	0.032	0.009	0.042	0.0018	0.007	0.003	0.204	—	—	0.0055
g	0.0061	0.040	0.51	0.032	0.009	0.042	0.0018	0.007	0.003	—	—	—	0.0055
h	0.0038	0.040	0.51	0.032	0.007	0.042	0.002	0.007	0.003	—	0.25	0.12	0.0033

$$*ex.C = C - (12/93)Nb - (12/48)(Ti - (48/14)N)$$

【0026】表2に記載した条件で、熱間圧延、冷間圧延を行い、その後焼鈍を行い冷延鋼板とした。

#### 【0027】

#### 【表2】

製造条件	熱延条件			冷延条件	焼鈍条件		
	加熱温度 °C	仕上温度 °C	巻取温度 °C		温度 °C	冷却速度 °C/s	OA °C×秒
A	1100	900	700	80	820	10	なし
B	1150	900	850	70	800	20	なし
C	1100	900	800	80	820	50	なし
D	1100	600	700	70	820	100	なし
E	1100	900	700	80	820	100	350×60
F	1100	900	700	80	800	100	350×160
G	1150	900	650	80	820	100	400×60

【0028】表3に機械的試験の結果を示す。ここでe<sub>x</sub> Cとは添加C量からTiとNbによって析出させた量を差し引いた値で、表に示した式によって見積もった。

た。

#### 【0029】

#### 【表3】

鋼板	鋼種	製造条件	超微細析出物 数密度 (個/cm <sup>3</sup> )	BH特性		耐時効性		備考
				BH量 MPa	評価	降伏点伸び %	評価	
1	c	A	観察されず	72	○	1.12	×	比較例
2	a	B	観察されず	74	○	1.5	×	比較例
3	c	C	観察されず	81	○	1.28	×	比較例
4	c	D	観察されず	68	○	0.88	×	比較例
5	c	E	5×10 <sup>17</sup>	71	○	0.18	○	本発明例
6	c	F	観察されず	70	○	0.82	×	比較例
7	c	G	観察されず	65	○	1.00	×	比較例
8	e	E	1×10 <sup>17</sup>	37	△	0.28	○	本発明例
9	e	G	観察されず	32	×	0.60	×	比較例
10	a	B	1×10 <sup>18</sup>	72	○	0.08	○	本発明例
11	b	B	5×10 <sup>17</sup>	80	○	0.28	○	本発明例
12	c	B	観察されず	70	○	1.21	×	比較例
13	d	B	2×10 <sup>17</sup>	38	△	0.10	○	本発明例
14	e	B	観察されず	32	×	0.70	×	比較例
15	f	B	2×10 <sup>17</sup>	90	○	0.38	○	本発明例
16	g	B	観察されず	86	○	1.36	×	比較例
17	h	B	5×10 <sup>17</sup>	71	○	0.30	○	本発明例
18	a	D	観察されず	80	○	1.30	×	比較例
19	e	G	2×10 <sup>17</sup>	72	○	0.39	○	本発明例

【0030】(実施例1)表1の鋼種c、eを使用し、表2に記載した各製造条件で冷延鋼板を製造した。熱間圧延の仕上温度は900°C、巻き取り温度は600~700°Cとした。また冷間圧延率は70~80%とし、0.8mm厚に冷間圧延した。冷間圧延後、800~820°Cで3分の焼鈍処理を行い、種々の冷却速度で冷却させた。さらにいくつかのものについては過時効処理(OA)を施した。焼鈍済みの鋼板に1%の調質圧延を行い冷延鋼板とした。表3に製造した鋼板(鋼板1~9)の機械的特性の結果と、AP-FIMによって調べた超微細析出物の平均数密度を示す。鋼種cにおいてはEの製造条件(鋼板5)において、5×10<sup>17</sup>個/cm<sup>3</sup>の超微細析出物が観察され、良好なBH特性、耐時効性を同時に示した。また鋼種eにおいても、Eの製造条件において、超微細析出物が観察され良好な耐時効性を示した。それ以外の条件では、析出物密度が小さくまたはサイズが10nm超と大きくなっている、BH量は良好であったが耐時効性は良くなかった。BH特性および耐時効特性は、高い密度の超微細析出物が観察されたEの製造条件において最も優れていた。

【0031】これにより、高い数密度の超微細析出物を分散させた鋼を製造することによって、高いBH特性と優れた耐時効性を同時に実現できている。

(実施例2)表1のように成分調整された鋼(鋼種a~h)を表2の製造条件Bによって冷延鋼板とする(鋼板10~17)。熱間圧延の仕上温度は900°C、巻き取り温度は650°Cとした。また冷間圧延率は70%とし、0.8mm厚に冷間圧延した。冷間圧延後、800°Cで1分の焼鈍処理を行った。焼鈍済みの鋼板に1%の

調質圧延を行い冷延鋼板とした。

【0032】表3において耐時効性評価のためのYP-E1値は100°C×1時間の促進時効によって調べた。ex. C量が多い鋼ほど、BH値が高く現われており、ex. Cが0.03%以上の鋼では60MPa以上の高いBH値が得られている。これらの鋼の耐時効性を降伏点伸びにより評価すると、Moを十分な量添加した鋼板10、15については優れた耐時効性を示している。また、Moを微量添加した鋼板11、13、さらにCrとWを添加した鋼板17においても、耐時効性を示している。一方、Moを無添加とした鋼板12、14、16では大きな降伏点伸びが現われておらず耐時効性が得られていない。遅時効性を示した鋼板には鋼中に超微細析出物がAP-FIMによって観察できたことから、これが遅時効性に影響したものと考えられる。

【0033】またさらに、Moを0.134%、Cを0.0037%添加し、製造条件Bで製造した鋼板10と、同じC量を有しMo無添加の鋼板12について、詳細な比較を行った。鋼板10の場合、超微細析出物数密度は1×10<sup>18</sup>個/cm<sup>3</sup>で、BH量は60MPaを超えており、降伏点伸びは0.1%以下と極めて良好な常温遅時効性を示した。一方、鋼板12では、超微細析出物数密度は観察されず(1×10<sup>17</sup>個/cm<sup>3</sup>未満と判断される)、BH量は60MPaを超えており、YP-E1値は1.0%以上で、常温遅時効性はみられなかった。またこの鋼ではプレス加工時にストレッチャーストレインが現われた。

【0034】表4には、良好な焼付硬化性および常温遅時効性を示した鋼板10においてAP-FIMにより観

察された超微細析出物の原子組成の例を示す。

【0035】

【表4】

クラスターNo	検出原子数			偏析C数 C-(Ti-N)
	C	N	Ti	
#1	1	1	2	0
#2	19	12	17	14
#3	10	4	7	7
#4	40	19	23	36
#5	2	1	2	1
#6	18	5	11	12

【0036】超微細析出物は数原子から数十原子のCおよびTi、Nの複合体からなりそのサイズは数nm以下であった。その組成を調べると、C原子数が $\{(Ti\text{原子数}) - (N\text{原子数})\}$ より多くなり、余剰Cの存在を示した。すなわちこの超微細析出物はTiNまたはTiCの超微細析出物にCが偏析濃化したものである。偏析したC量はTi(N, C)のサイズに依存し、十数原子以上からなる超微細析出物においては余剰Cが数十原子以上余分に存在していることがわかった。AP-FIMではイオンの検出率が60%程度であるため、実際の原子数はこれよりも多くなる。さらにTiC析出物は一般に $TiC_x (x \leq 1)$ の組成をもつため、ここでは余剰C量を過小評価していることになる。

【0037】一方、AP-FIM測定により固溶C量を調べたところ、平均濃度で0.0005質量%以下となり、鋼中に含まれるCの多くは超微細析出物に偏析濃化していることがわかった。次に、この鋼板10に2%引張予歪を印加して170°C×20分焼付硬化させた試料について同じ観察を行った。しかし、超微細析出物に化学量論的に余分なCは測定されなかった。すなわち超微細析出物に偏析濃化したCは焼付硬化過程で、転位に拡散し、転位固着(コットレル雰囲気形成)の供給元とな

ったと考えられる。

【0038】一方で、Moを添加しない供試材(鋼板12)についても同様の観察を試みたが、AP-FIMによるマトリックス測定によって鋼中に超微細析出物が観察されなかった。これは析出物の数密度が $1 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>未満であることを意味する。TEM観察を行ったところ50nm以上の比較的大型のTi(N, C)析出物が観察されたが、平均数密度では $1 \times 10^{12}$ 個/cm<sup>3</sup>以下であった。次に、Moを十分添加した鋼種aについて、製造条件Dで製造した鋼板18と、製造条件Gで製造した鋼板19について、詳細な比較を行った。条件Dにより製造した鋼板18においては、優れたBH特性を示したもののが耐時効性は劣っており、超微細析出物は観察されなかった。一方で同じ鋼種の条件Gにより製造した鋼板19においてはBH特性、耐時効性共に良好であり、超微細析出物数密度は $2 \times 10^{17}$ 個/cm<sup>3</sup>であった。これらの結果は、Mo添加は優れたBH特性、優れた耐時効性を有する鋼板の製造条件の範囲を広げることを示すものである。

【0039】以上の実験から、超微細析出物を鋼中に高密度に分散させ、それらにCまたはNを偏析濃化させることで、常温時効を防ぎ、焼付硬化温度でトラップから離脱したCまたはNにより転位を固着し鋼を強化したことが示された。これにより、高い数密度の超微細析出物を分散させた鋼を製造することによって、高いBH特性と優れた耐時効性を同時に実現できている。

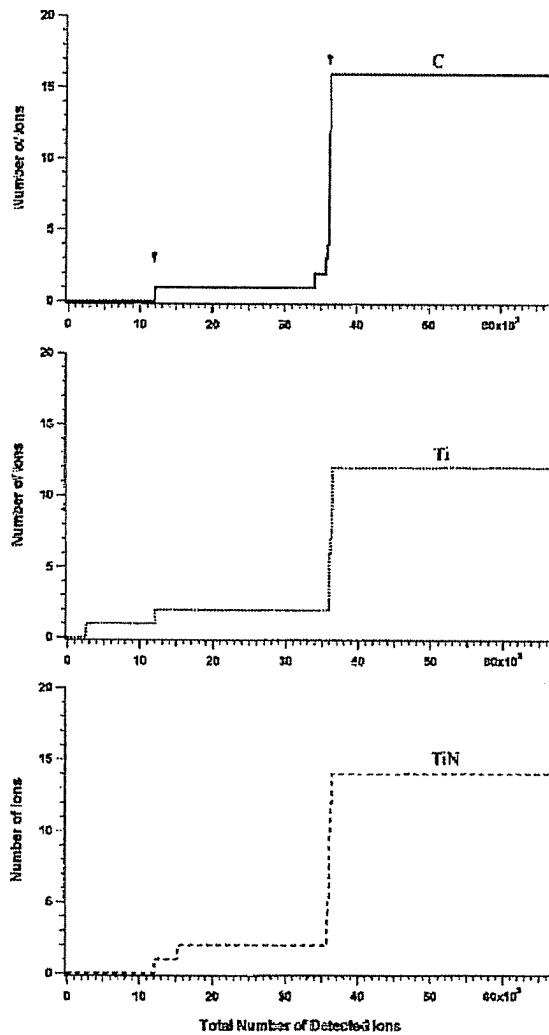
【0040】

【発明の効果】本発明により常温時効と焼付硬化性に優れた薄鋼板が提供され、その産業上の価値は極めて高いといえる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明によって製造した冷延鋼板における粒内マトリックスのAP-FIM測定のラーダーチャートを示す図である。

【図1】



---

フロントページの続き

(72)発明者 谷口 裕一  
愛知県東海市東海町5-3 新日本製鐵株  
式会社名古屋製鐵所内

(72)発明者 水谷 政昭  
愛知県東海市東海町5-3 新日本製鐵株  
式会社名古屋製鐵所内